# Inhaltsverzeichnis





Lesen Sie diese Betriebsanleitung gründlich durch, bevor Sie den **BÜCHI** Vacuum Controller **B-721** verwenden. Bewahren Sie diese Anleitung in unmittelbarer Nähe des Gerätes auf, damit jederzeit darauf zurückgegriffen werden kann.
Kapitel 2, Sicherheit, enthält wichtige Sicherheitshinweise. Die Kenntnisnahme ist für den sicheren Betrieb des Vacuum Controller unerlässlich.






**Progress built on tradition**


| **de, Version B (30 Seiten)** | **Bestell-Nr.** |
|---|---|
| B-721 Betriebsanleitung | **96667** |

# 1 Lieferumfang

Bild 1: Gesamtansicht B-721

**Bezeichnung**

| **Gerätevarianten:** | **Bestell-Nr.** |
|---|---|
| Büchi Vacuum Controller B-721 230 V | **34864** |
| Büchi Vacuum Controller B-721 120 V | **34961** |

Tabelle 1: Lieferumfang

| **Beipackteile:** | | | |
|---|---|---|---|
| 1 Autodest.-Sonde | V | (optional) | **37752** |
| | S | (optional) | **37753** |
| Auto-Vacuumstutzen kpl. | | (optional) | **37750** |
| 1 Glas-T-Stück | | (optional) | **37751** |
| 1 Kreuzmuffe kpl. D12–16 | | | **27344** |
| 1 Schraubolive GL14 kpl. | | | **32885** |
| 1 Betriebsanleitung | | | |
| Deutsch | | | **96667** |
| Englisch | | | **96668** |
| Französisch | | | **96669** |
| Italienisch | | | **96670** |
| Spanisch | | | **96671** |
| 1 Verpackung kpl. | | | **36055** |

Tabelle 2: Beipackteile

# 2 Sicherheit

Der Vacuum Controller ist nach dem Stand der Technik und den anerkannten sicherheitstechnischen Regeln gebaut. Dennoch können von dem Gerät Gefahren ausgehen:
- wenn das Gerät nicht bestimmungsgemäss verwendet wird.
- wenn das Gerät von ungenügend ausgebildetem Personal bedient wird.

## 2.1 Symbole




**Stopp**
Informationen über Gefahren, die zu hohen Sachschäden oder zu schweren oder lebensgefährlichen Verletzungen führen können.



**Warnung**
Informationen über Gefahren, die zu Gesundheitsschäden oder zu Sachschäden führen können.



**Hinweis**
Informationen, die auf technische Erfordernisse hinweisen. Das Nichtbefolgen kann zu Störungen, Unwirtschaftlichkeit und möglicherweise zu Produktionsverlusten führen.

## 2.2 Anforderungen an den Betreiber

Das Gerät darf nur durch Personen benutzt werden, welche die Gefahren, die beim Betreiben des Gerätes entstehen, überblicken können.

## 2.3 Bestimmungsgemässe Verwendung

Der Vacuum Controller ist als Laborgerät konzipiert und gebaut. Seine bestimmungsgemässe Verwendung ist das Regeln und Anzeigen von Vakuum im Arbeitsbereich 0 mbar bis Atmosphärendruck.

Eingesetzt wird der Vacuum Controller für:
- Destillations-Apparaturen insbesondere Rotationsverdampfer
- Vakuum-Trockenschränke

Zur bestimmungsgemässen Verwendung des Vacuum Controllers gehört ebenfalls dessen Pflege.

## 2.4 Nichtbestimmungsgemässe Verwendung

Jede andere als die erwähnten Verwendungen sowie jede Anwendung, die nicht den technischen Daten entspricht, gilt als Fehlanwendung. Für allfällige Schäden, die auf eine solche Verwendung zurückzuführen sind, trägt der Betreiber das alleinige Risiko.




Insbesondere folgende Anwendungen sind unzulässig:
- Eichgerät für andere Geräte
- Verwendung in Ex-geschützten Räumen
- Arbeiten im Überdruck

## 2.5 Sicherheitsmassnahmen

Das Tragen der persönlichen Schutzausrüstung ist grundsätzlich erforderlich.
Diese Betriebsanleitung muss als Bestandteil des Vacuum Controller B-721 jederzeit dem Bedienungspersonal am Einsatzort des Gerätes zur Verfügung stehen.
Der Betreiber ist für die Instruktion seines Personals verantwortlich. Dazu kann diese Betriebsanleitung in weiteren Sprachen nachbestellt werden.
Der Betreiber informiert den Hersteller umgehend über alle sicherheitsrelevanten Vorkommnisse, die sich bei Verwendung des Gerätes ereignen.

## 2.6 Sicherheitselemente

Bei einem Überdruck von mehr als 1400 mbar öffnet das eingebaute Belüftungsventil automatisch.
Das Gerät ist mit einer Schmelzsicherung versehen.

# 3 Funktion

Seine Funktionen sind:

- Einsatz als manueller Vakuum-Kontroller
- Automatische Durchführung von Destillationen bis zur Trockene, sofern physikalisch ohne Lösungsmittelverlust möglich (→ Rückverdampfung!)
- Automatisches zuende destillieren einer manuell gestarteten Destillation (z.B. bei problematischen Lösungsmittelgemischen)

Der B-721 regelt das Vakuum durch das direkte Ansteuern einer Wasserstrahlpumpe, eines Durchgangsventil oder einer Membranpumpe.
Die gesteuerte Wasserstrahlpumpe spart so bis zu 400 l Wasser pro Stunde. Durch Zubehör, wie z.B. das Kühlwasserventil, das am B-721 angeschlossen wird, kann ebenfalls Wasser gespart werden.

**Wo liegen die Grenzen des Gerätes?**

Die Automatik-Funktion basiert auf einer Gleichgewichteinstellung der Temperatur im Kühler unter Berücksichtigung der Kühlmitteltemperatur. Eine einwandfreie vollautomatische Destillaton bis zur Trockene kann beeinträchtigt werden durch:

- zu geringe Lösungsmittelmenge. Typische Minimalmengen liegen, je nach Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemisch, bei 50 bis 100 ml.
- zu grosse Siedepunktsdifferenzen bei Lösungsmittelgemischen. Allgemein gültige Angaben können hier kaum gemacht werden, da die Werte einerseits stark von der Kühlmittel- und Badtemperatur abhängig sind und andererseits auch von der Verdampfungswärme speziell der höhersiedenden Komponente beeinflusst werden. Siedepunktsdifferenzen bis 50°C sind unter günstigen Bedingungen möglich.
- Temperaturdifferenz zwischen Bad und Kühlung ungünstig. Typische Werte liegen für Lösungsmittelgemische bei ≥ 35 bis 40°C, für "reine" Lösungsmittel bei etwa 35°C.
- sehr problematische Lösungsmittelgemische, d.h. solche mit grossen Siedepunktdifferenzen und/oder grossen Unterschieden in der Verdampfungswärme. In diese Kategorie gehören vielfach wässrige Gemische.
- Nachspeisen des Verdampferkolbens im Automatik-Betrieb ist nicht möglich.
  Abhilfe: Automatik-Funktion durch kurzen Druck auf die DOWN-Taste ausschalten, Lösungsmittel in den Verdampferkolben einsaugen und, sobald die Destillation wieder im Gange ist, Rückgabe an die Automatik.

### 3.1 Hysterese

Die Bandbreite der Hysterese kann sowohl manuell als auch automatisch gewählt werden.

**Manuelle Hysterese** (ΔP = 1 - 100 mbar)

**Beispiel:**
Sollwert 400 mbar, Hysterese 7 mbar (manuell)

① Pumpe saugt auf Sollwert 400 mbar, das Durchgangsventil schliesst, resp. die Vakuumpumpe stellt ab.

② Der Druck steigt um 7 mbar.

③ Die Pumpe saugt wieder auf den Sollwert

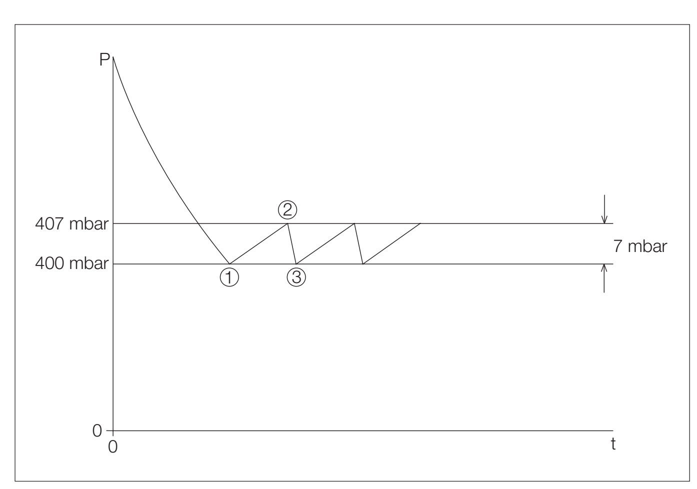


Bild 2: Manuelle Hysterese

**Automatische Hysterese** (ΔP = A)

Die automatische Hysterese ist abhängig vom eingestellten Sollwert. Sie arbeitet kontinuierlich (linear) abnehmend:

- 30 mbar bei einem Sollwert von 1000 mbar
- 1 mbar bei einem Sollwert von 2 mbar

**Beispiel:**
Sollwert 400 mbar, automatische Hysterese (12 mbar)

① Pumpe saugt auf Sollwert 400 mbar, das Durchgangsventil schliesst, resp. Vakuumpumpe stellt ab.

② Die Bandbreite der Hysterese beträgt bei diesem Sollwert 12 mbar.

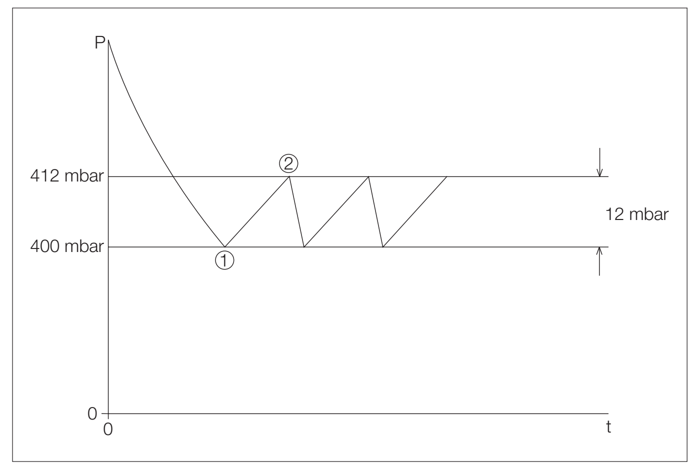


Bild 3: Automatische Hysterese

# 4 Inbetriebnahme



Überprüfen Sie, dass die Spannung der Steckdose mit der auf dem Apparateschild angegebenen Spannung übereinstimmt.

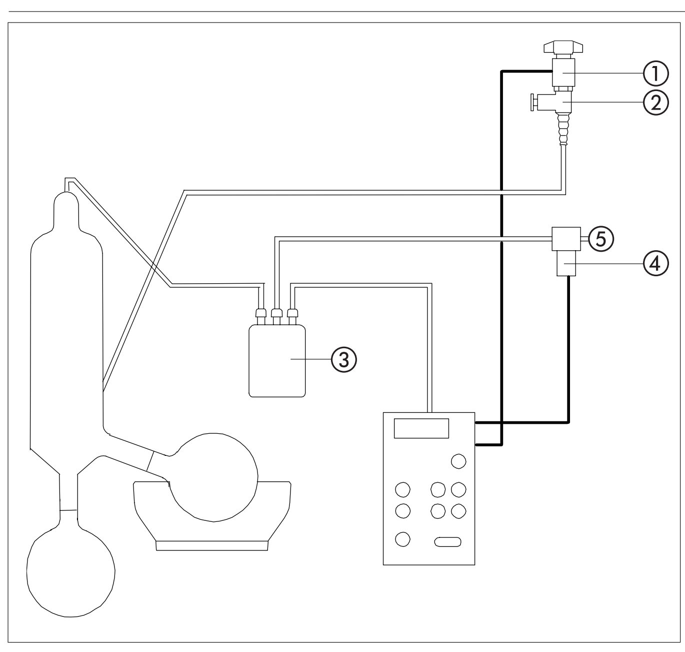


Bild 4: B-721 mit Durchgangsventil und Kühlwasserventil

## 4.1 Installation mit Durchgangsventil und Kühlwasserventil

- Durchgangsventil ④ zwischen Vakuumpumpe ⑤ und Woulff'schen Flasche ③ einbauen. (Flussrichtung beachten)
- Durchgangsventil an Buchse V anschliessen.
- Kühlwasserventil ① an Wasserhahn anschrauben (Dichtung und Sieb beachten).
- Kühlwasserventilstecker in Buchse CW einstecken.
- Kühlwasser-Schläuche anschliessen.
- B-721 an Stromnetz anschliessen.
- B-721 einschalten.
- Wasserhahn öffnen und mit Nadelventil ② den Durchfluss im Kühler regulieren.

① Kühlwasserventil
② Nadelventil
③ Woulff'sche Flasche
④ Durchgangsventil
⑤ Vakuumpumpe

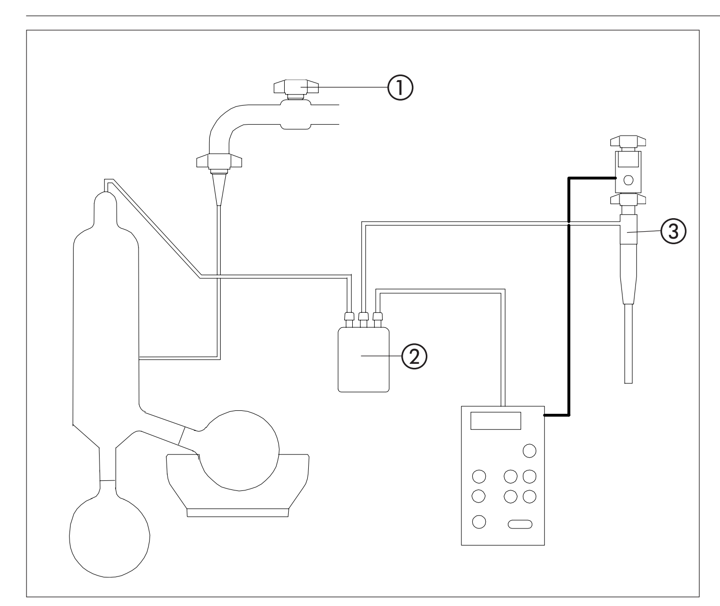


Bild 5: B-721 mit Wasserstrahlpumpe B-764 und Kühlwasserventil

## 4.2 Installation mit Wasserstrahlpumpe B-764

- Wasserstrahlpumpe B-764 ③ an Wasserhahn anschrauben.
- Wasserstrahlpumpe an Buchse V anschliessen.
- Kühlwasser-Schläuche anschliessen.
- B-721 an Stromnetz anschliessen.
- B-721 einschalten.
- Wasserhahn für Wasserstrahlpumpe ③ voll öffnen.
- Wasserhahn für Kühlwasser ① **vorsichtig** öffnen.

① Wasserhahn
② Woulff'sche Flasche
③ Wasserstrahlpumpe B-764

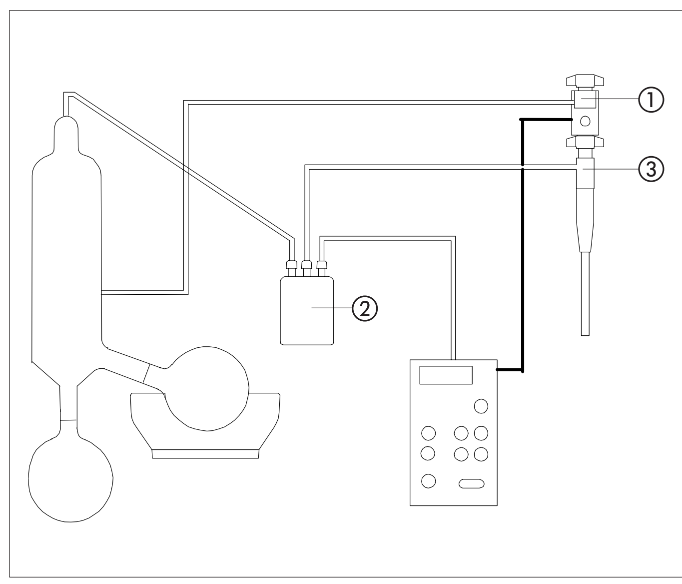



Bild 6: B-721 mit Wasserstrahlpumpe B-767

## 4.3 Installation mit kombinierter Wasserstrahlpumpe B-767

Die Wasserstrahlpumpe B-767 weist ein eingebautes Kühlwasserventil auf.

- Wasserstrahlpumpe B-767 ③ an Wasserhahn anschrauben.
- Wasserstrahlpumpe an Buchse V anschliessen.
- Kühlwasser-Schläuche anschliessen.
- B-721 an Stromnetz anschliessen.
- B-721 einschalten.
- Wasserhahn öffnen und mit Nadelventil ① den Durchfluss im Kühler regulieren.

① Nadelventil
② Woulff'sche Flasche
③ Wasserstrahlpumpe B-767

## 4.4 Verbindung mit V-500, B-721, einem Durchgangsventil und einem Rotavapor (R-114 / R-124 / R-3000)



Bild 7: B-721 mit Vacuumpumpe

## 4.5 Installation der Automatik-Sonde

**Version "V"**



Es ist darauf zu achten, dass der untere Fühler der Sonde das "Knie" des Kühlwasserausgangs berührt (siehe Foto).

Der Fühler CW wird am Kühlwasserausgang angeschlossen. Der Kühlwasser-Ausgang muss die äussere Spirale sein.

Bild 8a: Installation der Automatik-Sonde (Version "V")

**Version "S"**

Der Fühler CW wird am Kühlwasserausgang angeschlossen. Die Spitze der Sonde muss auf der Höhe der untersten inneren Spirale sein.

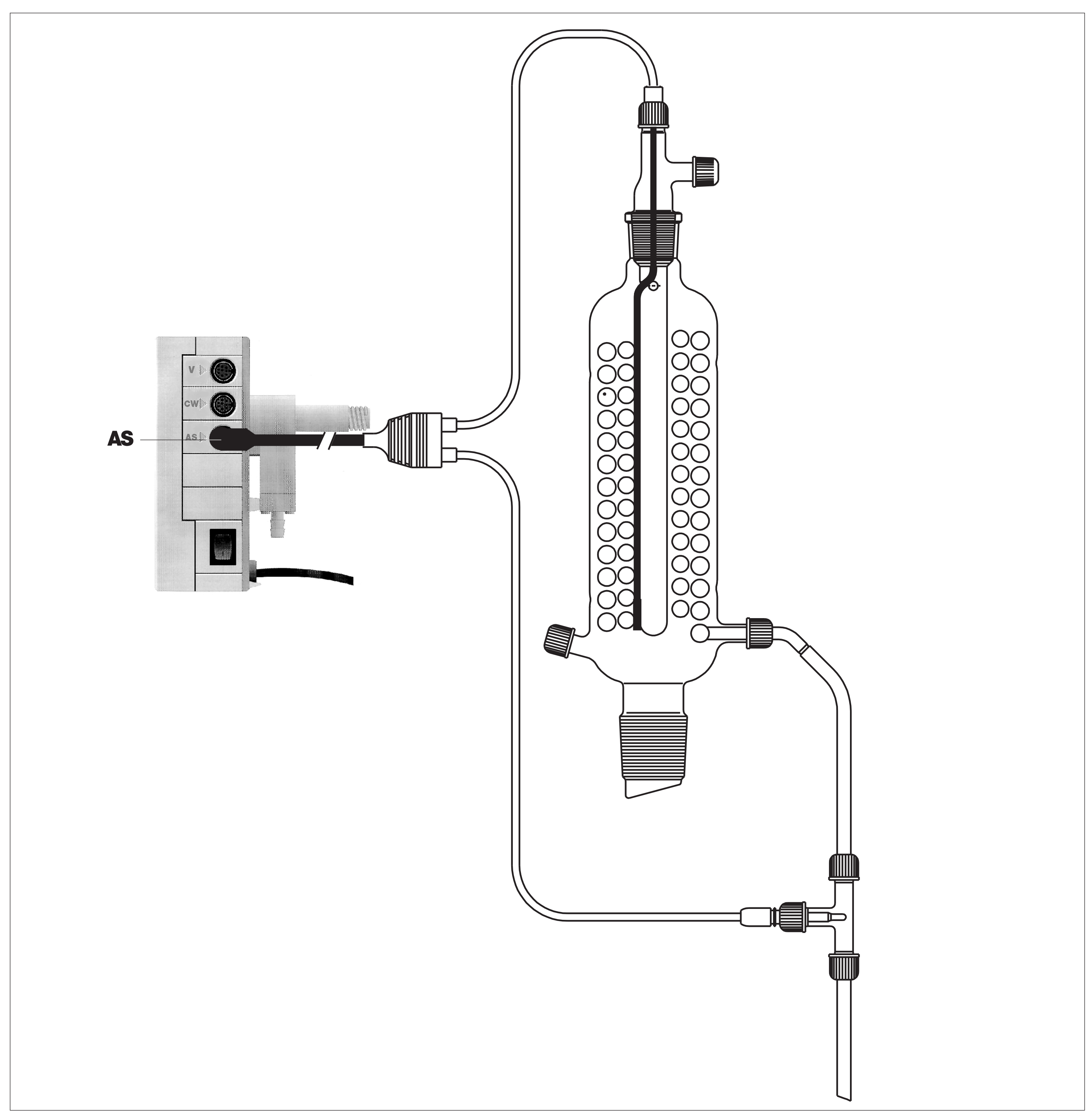



Bild 8b: Installation der Automatik-Sonde (Version "S")

## 4.6 Gerätekonfiguration

In einem speziellen Konfigurationsmenu können 3 Parameter konfiguriert werden:

**Parameter 1:** Aufwärmzeit
Die Tiefsiedererkennung erfolgt während der hier eingestellten Zeit (bei grossen Volumina event. höher stellen).
Standard-Einstellung = 20 s Anzeige: 1-20

**Parameter 2:** Abgleich auf die Leistung der Vakuumpumpe
Standard-Einstellung = 5 Anzeige: 2-5

**Parameter 3:** Akustisches Alarmsignal ein-, ausschalten
1 = ein, 0 = aus
Standard-Einstellung = 1 Anzeige: 3- 1

Zum Aufrufen des Konfigurationsmenüs, beim Einschalten des B-721 die DOWN-Taste 3s gedrückt halten. Die einzelnen Einstellungen können mit der UP- und DOWN-Taste verändert werden. Wird ein angezeigter Parameter während 3s nicht verändert, so wechselt die Anzeige zum nächsten Parameter und schliesslich zurück ins Grundmenü.

### Pumpenkonfiguration

Der B-721 ist ab Werk auf eine Pumpenleistung von ca. $2m^3/h$ konfiguriert. Werden Pumpen mit deutlich geringerer Saugleistung eingesetzt, muss für eine einwandfreie Automatik-Funktion die Grundkonfiguration entsprechend angepasst werden.

### 1. Pumpenleistung testen

- Rotationsverdampfer mit Vacuum Controller B-721 komplett aufbauen
- Trockenes Gerät durch Drücken der AUTO-Taste evakuieren
- Erreichbares Endvakuum abwarten. Eine Neukonfiguration ist nur notwendig, wenn das erreichte Endvakuum ≥ 100mbar ist.

### 2. B-721 konfigurieren

- B-721 ausschalten
- Die Taste DOWN drücken und gleichzeitig den B-721 einschalten
- Sobald in der Anzeige 1-20 erscheint, die DOWN-Taste loslassen
- Nach 3 Sekunden erscheint dann 2-5
- Jetzt kann dieser Wert mit der UP-Taste erhöht werden (z.B. 2-15)
- Erfolgt 3 Sekunden keine Eingabe wechselt die Anzeige auf 3-1 und anschliessend auf den aktuellen Systemdruck

Nun die Pumpenleistung nochmals testen (Punkt 1) und, falls nötig Konfiguration anpassen.

Wenn kein Erfolg erzielt werden kann, ist eventuell die Pumpe ungeeignet.

# 5 Bedienung

Das Gerät ist nicht spritzwassergeschützt.

## 5.1 Bedienungselemente




Bild 9: B-721 Folientastatur

| | |
|---|---|
| **P** | Solldruck abrufen |
| **ΔP** | Hysterese abrufen |
| **UP** | Erhöhen des Anzeigewertes, Belüften des Systems während einer Destillation |
| **DOWN** | Reduzieren des Anzeigewertes, Absenken des Druckes während einer Destillation |
| **mbar/Torr** | Umschalten der Anzeige von mbar/hPa auf Torr/mmHg |
| **MANUAL** | Starten der manuellen Destillation |
| **AUTO** | Starten der automatischen Destillation |
| **STOP** | Stoppen des Destillationsvorganges |
| **mbar/hPa** | Einheit des angezeigten Druckes |
| **Torr/mmHg** | Einheit des angezeigten Druckes |

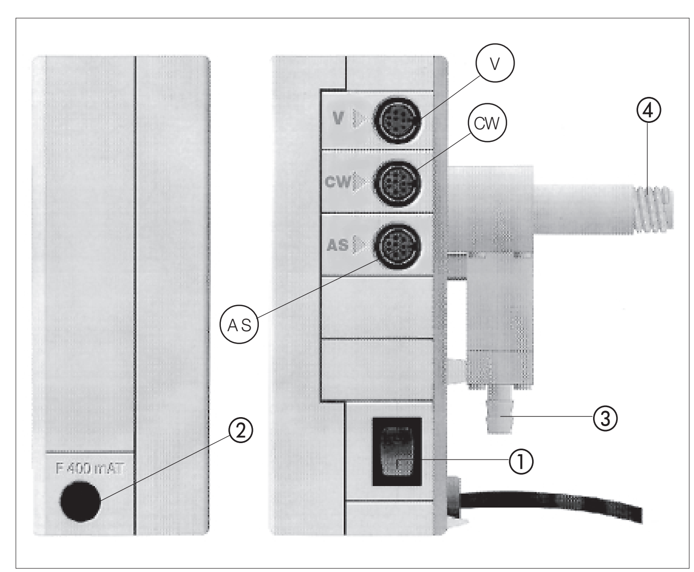



Bild 10: Seitenansichten des Gehäuses

| | |
|---|---|
| (V) | Ventilanschluss (Wasserstrahlpumpe, Durchgangsventil, Switch-box) |
| (CW) | Kühlwasserventilanschluss |
| (AS) | Anschluss für die Automatik-Sonde |
| ① | Netzschalter |
| ② | Sicherung |
| ③ | Anschluss für Belüftung (Inertgas möglich) |
| ④ | Vakuumanschluss |

## 5.2 Manueller Betrieb

| Taste | Bedienung | Anzeige | Funktion |
|---|---|---|---|
| **Gerät einschalten** | | | |
| O / I | ON | z.B. 957<br>(aktueller Systemdruck) | • Anzeige Systemdruck<br>• Belüftungsventil offen<br>• Kühlwasserventil für ca. 5 min offen. Durch Drücken **„STOP“**-Taste schliesst sich das Kühlwasserventil.<br>• Gerät ist nun im Grundzustand |
| **Druckeinheit wählen** | | | |
| mbar/Torr | Kurz drücken | z.B. 957<br>(aktueller Systemdruck) | • Wahl der Druckeinheit mbar/hPa oder Torr/mmHg. Die gewählte Einheit wird durch die LED, links neben dem Display, angezeigt. |
| **Solldruck einstellen** | | | |
| P | Kurz drücken | z.B. 147 (Solldruck) | • Anzeige des Solldruckes, welcher sich mit den Tasten **„UP“** und **„DOWN“** verändern lässt (0-1400 mbar)<br>• Wenn während 3 s keine Eingabe mehr erfolgt, wird der Anzeigewert automatisch abgespeichert, wobei die Anzeige wieder in den Grundzustand wechselt<br>• Der Sollwert kann jederzeit geändert werden |
| **Hysterese einstellen** | | | |
| ΔP | Kurz drücken | z.B. H 10<br><br>H A | • Anzeige der Hysterese, welche sich mit den Tasten **„UP“** / **„DOWN“** verändern lässt (100-1 mbar und A)<br>• Automatische Hysterese (siehe. 3.2 Automatische Hysterese)<br>• Wenn während 3 s keine Eingabe mehr erfolgt, wird der Anzeigewert automatisch abgespeichert, wobei die<br>• Anzeige wieder in den Grundzustand wechselt<br>• Faustregel: Hysterese = 10% vom Solldruck |
| **Evakuierung starten** | | | |
| MANUAL | Kurz drücken | z.B. 957→147 | • System wird auf den vorgewählten Sollwert evakuiert (aktueller Systemdruck) dort innerhalb der eingestellten Hysterese geregelt<br>• LED **„MANUAL“** leuchtet<br>• Kühlwasserventil offen |
| **Stop** | | | |
| STOP | Kurz drücken | z.B. 957<br>(aktueller Systemdruck) | • Stoppt die Regelfunktion<br>• System wird belüftet (Belüftungsventil bleibt offen)<br>• Das Kühlwasserventil bleibt noch während ca. 5 min offen |
| | 2 x kurz drücken | | • Zweimaliges Drücken von **„STOP“** schaltet das Kühlwasser sofort aus |

**Hold - Zustand**

Nach dem Start der Destillation kann mit Hilfe der Pfeiltasten jederzeit in den Regelvorgang eingegriffen werden. Das Drücken der **„UP“** Taste bewirkt eine sofortige Erhöhung des Systemdruckes (System wird belüftet), die **„DOWN“** Taste reduziert den Systemdruck (Pumpe läuft an). Das folgende Beispiel veranschaulicht diesen Prozess.

| Taste | Bedienung | Anzeige | Funktion |
|---|---|---|---|
| O / I | ON | z.B. 957<br>(aktueller Systemdruck) | • Gerät wird eingeschaltet |
| MANUAL | Kurz drücken | z.B. 957→147<br>(aktueller Systemdruck) | • Pumpe wird gestartet |
| UP | Kurz drücken | z.B. 387<br>(aktueller Systemdruck) | • Der Evakuierungsvorgang wird unterbrochen und die LED der **„MANUAL“**-Taste blinkt → **Hold Zustand.** Dabei wird der aktuelle Systemdruck gehalten<br>• Solange die UP-TASTE gedrückt wird, bleibt das Belüftungsventil offen. |
| DOWN | Taste gedrückt halten | Systemdruck ändert sich | • Solange die Taste gedrückt bleibt, wird der Systemdruck angepasst, d.h. während die Taste **„DOWN“** gedrückt wird, wird der Druck weiter abgesenkt, bzw. bei **„UP“** öffnet sich das Belüftungsventil. Nach Loslassen der Taste **„UP“** bzw. **„DOWN“** wird der aktuelle Druck mit der gespeicherten Hysterese geregelt.<br><br>Durch kurzes Drücken der Taste **„MANUAL“** wird die Funktion fortgeführt, welche vor dem Unterbrechen aktiv war. |

**Beispiel einer manuellen Destillation**

Die Werte im folgenden Anwendungsbeispiel gelten für die Destillation von Ethanol bei einer Dampftemperatur von 40°C. Die Werte anderer Lösungsmittel können der Tabelle am Schluss dieses Kapitels entnommen werden.
Vor jeder Destillation sind folgende Punkte zu beachten :

- Kühlwasser angeschlossen
- Alle elektrischen Anschlüsse korrekt
- Alle Verschlauchungen korrekt

| | Bedienung | Anzeige | Funktion |
|---|---|---|---|
| **Destillation von Ethanol** | Netzschalter ein | z.B. 957 (aktueller Systemdruck) | • Anzeige Systemdruck |
| | Taste **„P“** | z.B.213 | • Anzeige des Solldruckes, dieser lässt sich mit den Tasten **„UP“** und **„DOWN“** verändern (in unserem Fall 175 mbar einstellen). |
| | Taste **„ΔP“** | z.B. H 25 | • Anzeige der Hysterese, diese lässt sich mit den Tasten **„UP“** und **„DOWN“** verändern (in unserem Fall 17 mbar einstellen). |
| | Taste **„START“** | z.B. 957→175 (aktueller Systemdruck) | • System wird auf den vorgewählten Sollwert von 175 mbar evakuiert und wird dort innerhalb der eingestellten Hysterese von 17mbar geregelt.<br><br>Falls ein Schäumen oder starkes Spritzen auftreten sollte, ist es möglich, mit den Tasten **„UP“** / **„DOWN“** direkt einzugreifen<br>→ **Hold-Zustand.** |
| | Taste **„UP“** | Aktueller Systemdruck | • System belüftet, solange die Taste gedrückt bleibt<br>• Nach Loslassen der Taste wird der Druck auf dem aktuellen Wert geregelt<br>• Die LED der **„MANUAL“** Taste blinkt |
| | Taste **„DOWN“** | Aktueller Systemdruck | • System wird weiter evakuiert<br>• Nach Loslassen der Taste wird der Druck auf dem aktuellen Wert geregelt<br>• Die LED der **„MANUAL“** Taste blinkt |
| | | | Durch Drücken der **„MANUAL“** Taste wird die Destillation fortgesetzt, d.h. das System arbeitet auf dem eingestellten Solldruck (P). |
| | Taste **„STOP“** | Aktueller Systemdruck | • System wird belüftet (Belüftungsventil bleibt offen)<br>• Das Kühlwasserventil bleibt noch während ca. 5 min offen<br>• Zweimaliges Drücken der **„STOP“** Taste schaltet das Kühlwasser sofort aus |

## 5.3 Automatischer Betrieb

### Automatische Destillation



Damit das Gerät automatisch die idealen Destillationsparameter finden und einhalten kann, beachten Sie bitte folgende Bedingungen:

- minimales Destillationsvolumen, je nach Gemisch, 50...100 ml
- Kühlmittel-Temperatur 0...25°C
- Badtemperatur 45...70°C
- Temperaturdifferenz Heizbad ⇒ Kühlmittel mind. 35°C

1. Gefüllter Verdampferkolben am Rotationsverdampfer anschliessen.
2. Hahn für Kühlwasser öffnen.
3. Rotation einschalten
4. Verdampferkolben ins Heizbad eintauchen
5. 2 Sekunden warten
6. Automatik starten (AUTO-Taste)

| Taste | Bedienung | Anzeige | Funktion |
|---|---|---|---|
| AUTO | Kurz drücken | 957<br>⇓<br>schrittweise<br>Druck absenken | • Das Gerät sucht sich die optimalen Destillations-Bedingungen für eine möglichst emissionsfreie Destillation<br>• LED **„AUTO“** leuchtet<br>• Kühlwasserventil offen<br>• Belüftungsventil geschlossen |

Ablauf:
- Stufenweise Evakuieren bis zum Destillationsbeginn.
- Optimierung des Destillationsdruckes
- Überwachung und Regelung der Destillation bis zur Trockene oder bis Rückverdampfung einsetzt.
- Destillationsende (Belüftungsventil bleibt geschlossen.), Piepston.
  Kühlwasserventil bleibt offen
  (Dieser Vorgang kann auch durch Drücken der „STOP“-Taste abschaltet werden, wobei sich das Belüftungsventil öffnet)

Die Destillation läuft nun automatisch ab; sofern physikalisch möglich, bis zum trockenen Verdampferkolben. Das Ende der Destillation wird akustisch und optisch durch Blinken der **„STOP“**-Leuchte angezeigt; der Rotationsverdampfer wird jedoch nicht belüftet.

Belüften der Apparatur: **„STOP“**-Taste des B-721 drücken

Ist physikalisch eine Destillation bis zur Trockene nicht möglich (z.B. Rückverdampfung von tiefsiedendem Lösungsmittel), so wird die Destillation gestoppt (analog Destillationsende).

Vor einem Neustart muss nun der Auffangkolben entleert werden.

## 5.4 Eingreifen in die Automatik

Es gibt Fälle, wo eine Destillation manuell gestartet werden möchte. Sobald die Destillation läuft, sollte sie dann aber von der Automatik weiter kontrolliert und auch beendet werden.

Beispiele dazu sind :
- Gemische, die zum Schäumen neigen
- Gemische, die zu Siedeverzügen neigen
- Gemische mit Spuren eines tiefsiedenden Lösungsmittels

In solchen Fällen ist wie folgt vorzugehen:

Kurzes Drücken der **„MANUAL“**-Taste und gleich darauf der **„UP“**-Taste. Nun ist das Gerät im Hold-Zustand. Das Vakuum kann jetzt schrittweise abgesenkt werden. Dies geschieht durch Drücken der **„DOWN“**-Taste (solange die Taste gedrückt bleibt, wird der Druck gesenkt). Wenn nun die Destillation zufriedenstellend läuft, kann sie durch kurzes Drücken der **„AUTO“**-Taste automatisch weiter geregelt werden. Die Destillation wird nun vom B-721 weiter überwacht, nachgeregelt und auch beendet.

Wenn die automatisch Destillation beendet, jedoch der Rückstand noch nicht ganz trocken ist, kann durch Drücken der DOWN-Taste eine letzte Restfeuchte noch abgedampft werden.

Möglichkeiten um in die manuelle Funktion zu gelangen sind:
- "MANUAL" kurz drücken
  (regelt nun mit gespeichertem Sollwert + Hysterese)
- "UP" oder "DOWN" kurz drücken
  (regelt bei aktuellem Wert Hold Zustand Seite 14)

Aus all diesen Zuständen kann jederzeit wieder in die Automatik-Funktion gewechselt werden.




Bild 11: „20-40-60“

## 5.5 Informationen zur Anwendung

Die Wahl der Destillationsbedingungen
Zur Erreichung von optimalen Destillationsbedingungen bei Rotationsverdampfern ist die Energie, die aus dem Heizbad der Destillation zugeführt wird, wieder über den Kühler abzuführen. Um dies zu gewährleisten, empfiehlt es sich, nach der folgenden Faustregel zu arbeiten.

| Kühlwasser | Dampf | Bad |
|---|---|---|
| max 20° C | 40° C | 60° C |

Wie erreicht man diese Bedingungen?

- Badtemperatur auf 60° C einstellen
- Kühlwasser einstellen, Temperatur nicht höher als 20° C
- Kühlwasser mit etwa 40–50 l/h durch den Kühler fliessen lassen
- Das Arbeitsvakuum ist so zu wählen, dass der Siedepunkt des Lösungsmittels bei 40°C liegt. Den entsprechenden Druck entnehmen Sie der Lösungsmittel-Tabelle (in diesem Kapitel).

Vorteile von 60° C Badtemperatur:

- Der Verdampferkolben kann ohne Verbrühungsgefahr gewechselt werden
- Die Verdampfungsrate von Wasser aus dem Heizbad ist noch nicht sehr hoch (Energieverlust)
- Die Heizbad-Energie wird mit gutem Wirkungsgrad ausgenutzt

Sinngemäss kann diese Regel auch für tiefere Badtemperaturen angewandt werden, z.B.:

| Kühlwasser | Dampf | Bad |
|---|---|---|
| 0° C | 20° C | 40° C |

Optimierung der Destillation:
Je nach zu destillierendem Lösungsmittel kann es vorkommen, dass die Destillation nachoptimiert werden muss. Bevor jedoch nachoptimiert wird, muss das Heizbad 60° C erreicht haben.

Dabei gilt:
**Die Kondensation des Lösungsmittels soll an 2/3 bis 3/4 der vorhandenen Kühlschlangen stattfinden.**
Um die Destillation zu optimieren, stehen grundsätzlich zwei Möglichkeiten zur Verfügung :

**1. Druck langsam weiter absenken**
Bad muss 60° C erreicht haben!
(Siedepunkt wird gesenkt, Erhöhung von $\Delta T_1$, was eine Erhöhung der Destillationsleistung zur Folge hat)

oder

**2. Badtemperatur erhöhen**
(Erhöhung von $\Delta T_1$, was eine Erhöhung der Destillationsleistung zur Folge hat)
Durch Erhöhen der Badtemperatur wird jedoch nicht die ganze zusätzliche Energie in die Destillation eingebracht, sondern auch mehr an die Umwelt abgestrahlt. Dies geschieht durch den erhöhten Temperaturunterschied zwischen Bad- und Umgebungstemperatur.

2/3

Bild 12: Kondensationsbereich

## 5.6 Lösungsmittel

| Lösungsmittel | Formel | Molare Masse in g/mol | Verdampfungs-energie in J/g | Siedepunkt bei 1013 mbar | Dichte in g/cm³ | Vakuum in mbar für Siedepunkt bei 40°C |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Aceton | $C_3H_6O$ | 58.1 | 553 | 56 | 0.790 | 556 |
| n-Amylalkohol, n-Pentanol | $C_5H_{12}O$ | 88.1 | 595 | 37 | 0.814 | 11 |
| Benzol | $C_6H_6$ | 78.1 | 548 | 80 | 0.877 | 236 |
| n-Butanol, tert. Butanol | $C_4H_{10}O$ | 74.1 | 620 | 118 | 0.810 | 25 |
| (2-Methyl-2-Propanol) | $C_4H_{10}O$ | 74.1 | 590 | 82 | 0.789 | 130 |
| Chlorbenzol | $C_6H_5Cl$ | 112.6 | 377 | 132 | 1.106 | 36 |
| Chloroform | $CHCl_3$ | 119.4 | 264 | 62 | 1.483 | 474 |
| Cyclohexan | $C_6H_{12}$ | 84.0 | 389 | 81 | 0.779 | 235 |
| Diethylether | $C_4H_{10}O$ | 74.0 | 389 | 35 | 0.714 | atmosphärisch |
| 1,2,-Dichlorethan | $C_2H_4Cl_2$ | 99.0 | 335 | 84 | 1.235 | 210 |
| 1,2,-Dichlorethylen (cis) | $C_2H_2Cl_2$ | 97.0 | 322 | 60 | 1.284 | 479 |
| 1,2,-Dichlorethylen (trans) | $C_2H_2Cl_2$ | 97.0 | 314 | 48 | 1.257 | 751 |
| Diisopropylether | $C_6H_{14}O$ | 102.0 | 318 | 68 | 0.724 | 375 |
| Dioxan | $C_4H_8O_2$ | 88.1 | 406 | 101 | 1.034 | 107 |
| DMF (Dimethylformamid) | $C_3H_7NO$ | 73.1 | | 153 | 0.949 | 11 |
| Essigsäure | $C_2H_4O_2$ | 60.0 | 695 | 118 | 1.049 | 44 |
| Ethanol | $C_2H_6O$ | 46.0 | 879 | 79 | 0.789 | 175 |
| Ethylacetat | $C_4H_8O_2$ | 88.1 | 394 | 77 | 0.900 | 240 |
| Heptan | $C_7H_{16}$ | 100.2 | 373 | 98 | 0.684 | 120 |
| Hexan | $C_6H_{14}$ | 86.2 | 368 | 69 | 0.660 | 335 |
| Isopropylalkohol | $C_3H_8O$ | 60.1 | 699 | 82 | 0.786 | 137 |
| Isoamylalkohol, 3-Methyl-1-Butanol | $C_5H_{12}O$ | 88.1 | 595 | 129 | 0.809 | 14 |
| Methylethylketon | $C_4H_8O$ | 72.1 | 473 | 80 | 0.805 | 243 |
| Methanol | $CH_4O$ | 32.0 | 1227 | 65 | 0.791 | 337 |
| Methylenchlorid, Dichlormethan | $CH_2Cl_2$ | 84.9 | 373 | 40 | 1.327 | atmosphärisch |
| Pentan | $C_5H_{12}$ | 72.1 | 381 | 36 | 0.626 | atmosphärisch |
| n-Propylalkohol | $C_3H_8O$ | 60.1 | 787 | 97 | 0.804 | 67 |
| Pentachlorethan | $C_2HCl_5$ | 202.3 | 201 | 162 | 1.680 | 13 |
| 1,1,2,2,-Tetrachlorethan | $C_2H_2Cl_4$ | 167.9 | 247 | 146 | 1.595 | 35 |
| Tetrachlorkohlenstoff | $CCl_4$ | 153.8 | 226 | 77 | 1.594 | 271 |
| 1,1,1,-Trichlorethan | $C_2H_3Cl_3$ | 133.4 | 251 | 74 | 1.339 | 300 |
| Tetrachlorethylen | $C_2Cl_4$ | 165.8 | 234 | 121 | 1.623 | 53 |
| THF (Tetrahydrofuran) | $C_4H_8O$ | 72.1 | | 67 | 0.889 | 357 |
| Toluol | $C_7H_8$ | 92.2 | 427 | 111 | 0.867 | 77 |
| Trichlorethylen | $C_2HCl_3$ | 131.3 | 264 | 87 | 1.464 | 183 |
| Wasser | $H_2O$ | 18.0 | 2261 | 100 | 1.000 | 72 |
| Xylol (Isomerengemisch) | $C_8H_{10}$ | 106.2 | 389 | 140 | 0.87 | 25 |

Tabelle 3: Lösungsmittel-Tabelle (CRC Handbook 65th Ed)

# 6 Wartung

Alle Hinweise, welche darauf abzielen, den Vacuum Controller in funktionstüchtigem Zustand zu halten, sind zu beachten. Dazu gehört auch eine periodische Reinigung und Überprüfung auf allfällige Beschädigungen.

## 6.1 Reinigung

Das Gehäuse ist mit einem feuchten Lappen, ohne Anwendung von Lösungsmitteln, zu reinigen und ebenfalls auf Defekte (Bedienungselemente, Stecker) visuell zu überprüfen.

## 6.2 Wasserstrahlpumpe

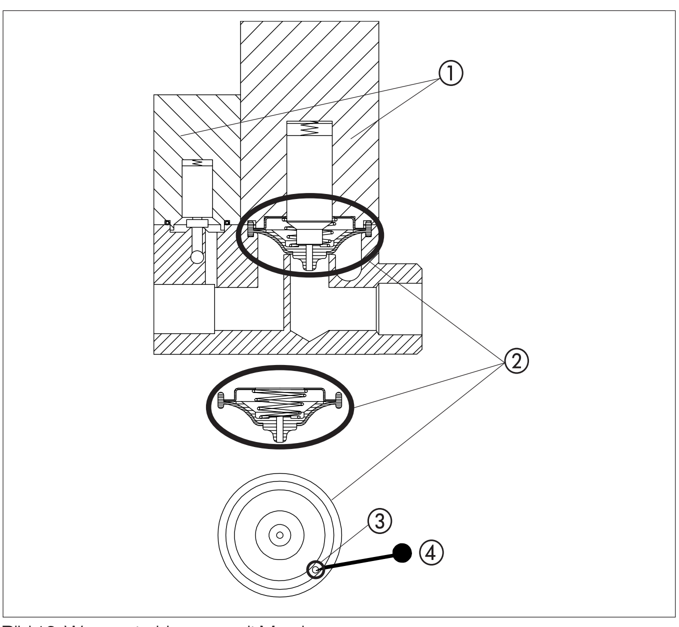


Bild 13: Wasserstrahlpumpe mit Membrane

Es kann vorkommen, dass die Wasserstrahlpumpe nicht mehr abstellt. In diesem Fall hilft es meistens, wenn das kleine Loch in der Membrane mit einer Nadel durchgestossen wird. Dazu den grossen Ventilkörper abschrauben.
Das Loch kann von Zeit zu Zeit verstopfen (Kalk, Verunreinigungen); als Folge kann die Membrane nicht mehr schliessen.

① Ventilkörper

② Membrane NBR

③ Loch 0,5 mm

④ Nadel

## 6.3 Kundendienst

Eingriffe am oder im Gerät dürfen nur durch autorisierte Kundendienst-Techniker erfolgen. Dies sind Personen mit einer fundierten technischen Berufsausbildung und Kenntnissen der Gefahren, die sich aus der Nichtbeachtung von Sicherheitsvorkehrungen ergeben. Büchi-Kundendienststellen verfügen über ein gerätespezifisches Service-Manual, welches nur durch autorisiertes Personal zu beziehen ist.
Die Adressen der offiziellen Büchi-Kundendienststellen sind auf der letzten Umschlagseite dieser Betriebsanleitung angegeben.

Der Kundendienst der Firma Büchi steht für folgende Dienstleistungen bereit:

- Ersatzteildienst (bitte beziehen Sie sich auf die in der Betriebsanleitung aufgeführten Bestell-Nr.)
- Reparaturdienst
- Wartungsdienst und Technische Beratung.
  (Bitte wenden Sie sich telefonisch, schriftlich mittels Telefax oder Telex an die Büchi-Vertretung in Ihrem Land).

### 6.4 Funktionskontrolle

Nach jedem Eingriff sind folgende Parameter zu überprüfen:

- Einschalten des B-721
- Display 8888 (1 s)
- Display Software-Version A 2.0 (1 s)
- Display aktueller Atmosphärendruck wird angezeigt
- Hörbares Schalten des Ventils
- Kühlwasserventil ist offen (kann durch Drücken der "STOP"-Taste ausgeschaltet werden)

### 6.5 Störungen und ihre Behebung

| Störung | Mögliche Ursache | Behebung |
|---|---|---|
| Keine Anzeige | Gerät ohne Strom | Netzschalter ein |
| | | Netzverbindungen überprüfen |
| | | Sicherungen überprüfen |
| Häufiges Schalten des Ventils oder der Pumpe | System ist undicht | Alle Dichtstellen kontrollieren (Schläuche und deren Verbindungen) |
| | Hysterese ist zu klein gewählt | grössere Hysterese wählen (bei Endvakuum höher 700 mbar auf automatische Hysterese stellen) |
| Ventil schaltet nicht | Ventil schliesst nicht | Ventilspule verschmutzt |
| | | Ventilkabel nicht eingesteckt |
| Kein Vakuum | Falsch verschlaucht | Siehe Kapitel 4, Installation |
| | Falsch verkabelt | Siehe Kapitel 5.1, Bedienungselemente |
| Vakuum wird nicht erreicht | Rückverdampfung im Rotationsverdampfer | Auffangkolben entleeren |
| | Zu tiefer Wasserdruck bei Wasserstrahlpumpe | Wasserhahn ganz öffnen |

| | |
|---|---|
| Destillation ist "eingeschlafen" | Druck manuell absenken bis die Destillation wieder läuft, dann, sofern gewünscht, Rückgabe an die Automatik-Funktion. |
| Destillation beendet, obwohl nicht trocken | a) Zu starke Rückverdampfung aus dem Auffangkolben (speziell bei Lösungsmittelgemischen) → Auffangkolben entleeren und Destillation wieder starten |
| | b) Nicht genau definierte Störung im Destillationsablauf (z.B. plötzliche Abkühlung, zu geringer Wärmefluss etc.) → Druck manuell absenken bis die Destillation wieder läuft, dann Rückgabe an die Automatik Funktion |
| Zu hohe Restfeuchte bei Destillations-Ende | Durch manuelle Druckabsenkung Produkt kontrolliert zu Ende trocknen (minimaler Zeitaufwand bei maximaler Produkteschonung!) |

Tabelle 4: Störungen und ihre Behebung

**Fehlermeldungen am Vacuum** Controller

| | | |
|---|---|---|
| E--0<br>E--1<br>E--2 | Automatik-Sonde defekt | Kundendienst anrufen |
| E--3 | Drucksensor ist defekt | Kundendienst anrufen |
| E--4<br>E--5 | Software-Fehler | Kundendienst anrufen |
| E--6 | Hardware-Fehler | Kundendienst anrufen |
| E--7 | Drucksensor nicht kalibriert | Kundendienst anrufen |
| E--8 | Druck über 1400 angestiegen | Überdruck im System vermeiden |
| E--9 | Leckrate zu hoch | Gerät trocken evakuieren<br>→ Leckrate < 5mbar/min. |
| | Pumpe zu schwach | - Zu wenig Wasserdruck bei der Wasserstrahlpumpe<br>- Verstopfte Wasserstrahlpumpe<br>- Defekte Pumpe<br>- B-721 konfigurieren (siehe Kapitel 4.6) |
| | Rückverdampfung | Auffangkolben entleeren |
| E-10 | Hardware-Fehler | Kundendienst anrufen |

Tabelle 5: Fehlermeldungen am Vacuum Controller

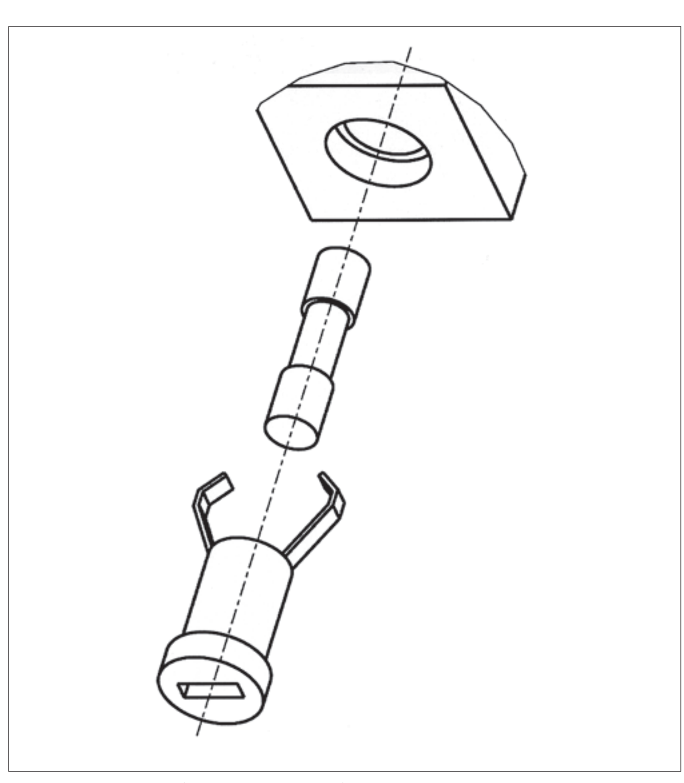


Bild14: Kontrolle / Wechseln der Sicherungen

### 6.6 Kontrolle / Wechseln der Sicherungen

- Netzstecker vom Gerät ausziehen
- Mit Schraubenzieher den Sicherungshalter entfernen
- Defekte Sicherung mit gleichem Sicherungstyp ersetzen: T400mAL 250V
- Sicherungshalter wieder einsetzen.

# 7 Ausserbetriebnahme

## 7.1 Lagerung/Transport

Das Gerät muss in der Originalverpackung an einem trockenen Ort gelagert werden. Auch der Transport muss in der Originalverpackung erfolgen.

## 7.2 Entsorgung

Damit das Gerät möglichst umweltgerecht entsorgt werden kann, befindet sich in Kapitel 9.2, Verwendete Materialien, eine Auflistung der wichtigsten Teile. Dadurch ist gewährleistet, dass die Teile getrennt der Wiederverwertung zugeführt werden können. Für die Entsorgung von elektronischen Teilen verweisen wir auf die regionalen und örtlichen Gesetze und Vorschriften.

# 8 Ersatzteile

Nur Büchi Originalersatzteile gewährleisten Gebrauchssicherheit und Funktionstüchtigkeit des Vacuum Controllers. Die Verwendung von andern als **Büchi-Ersatzteilen** und **-Zubehör** ist nur mit Zustimmung der Firma Büchi gestattet.

Für Montage- bzw. Demontagezwecke darf der Ersatzteilkatalog nur in Zusammenhang mit dem entsprechenden Kapitel 5 der Betriebsanleitung verwendet werden. Die Einsichtnahme und Überlassung an Dritte sowie Fertigung nach diesem Unterlagen sind verboten. Das Urheberrecht verbleibt bei der Firma Büchi.

## 8.1 Ersatzteile

| | |
|---|---|
| 10 Sicherungen 400mAT | **16526** |
| Flügelschraube zu Kreuzmuffe | **27343** |
| Kreuzmuffe D12-16 kpl. | **27344** |
| Stativstange Ø 12 mm, L=300 mm | **32008** |
| Schraubolive GL 14 kpl., 4 Stück | **37287** |

Tabelle 6: Ersatzteile

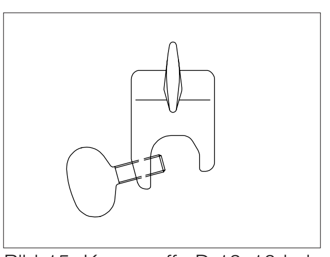


Bild 15: Kreuzmuffe D 12–16 kpl.

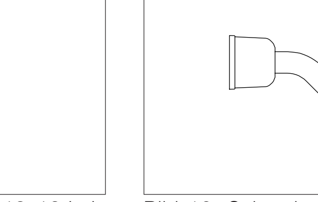


Bild 16: Schraubolive GL14 kpl.

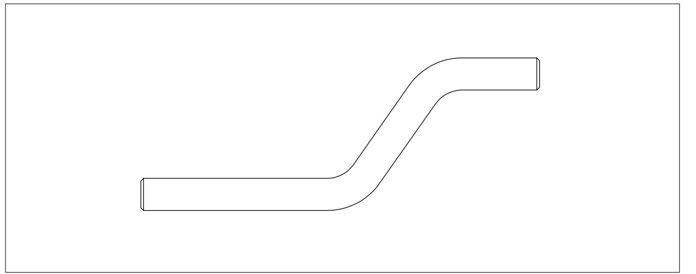


Bild 17: Stativstange Ø 12 mm L=300 mm

## 8.2 Zubehör

| | |
|---|---|
| Wasserstrahlpumpe B-764 | **31358** |
| Set mit 5 Sieben und 10 Dichtungen | **15860** |
| Kalrez-Membrane | **23347** |
| Set aus 4 O-Ringen | **37607** |

Wasserstrahlpumpe zur Erzeugung eines Vakuums.
Die Ansteuerung erfolgt über den B-721. Sobald das eingestellte Vakuum erreicht ist schaltet diese Wasserstrahlpumpe aus und spart so bis zu 400 l Wasser/h.
Das integrierte Rückschlagventil verhindert ein Zurücksaugen des Wassers ins System.

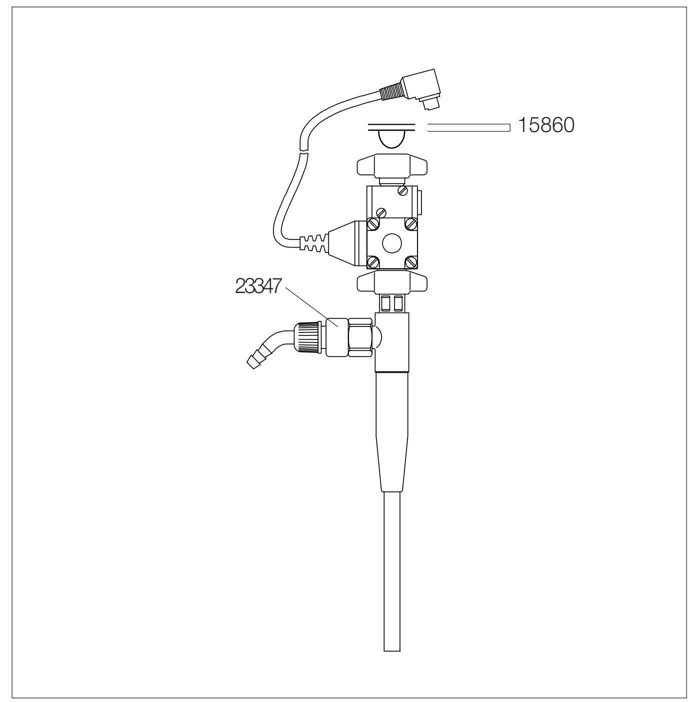



Bild 18: Wasserstrahlpumpe B-764

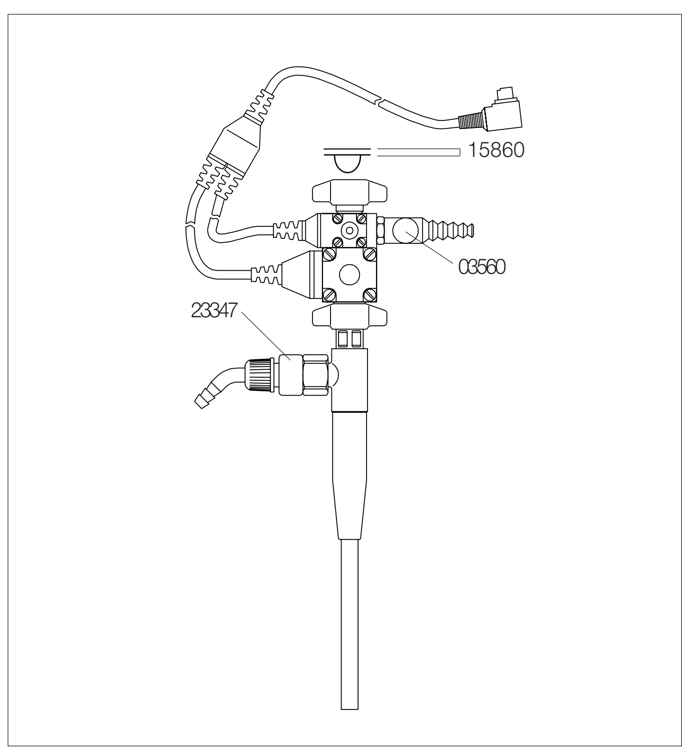



Bild 19: Wasserstrahlpumpe B-767

| | |
|---|---|
| Wasserstrahlpumpe B-767 | **31357** |
| O-Ring Set, 4 Stück | **37607** |
| Set mit 5 Sieben und 10 Dichtungen | **15860** |
| Kalrez-Membrane | **23347** |

Gleich wie B-764.
Die B-767 ist zusätzlich mit einem Kühlwasserventil ausgestattet, somit ist für Vakuum und Kühlwasser nur ein Wasseranschluss notwendig.

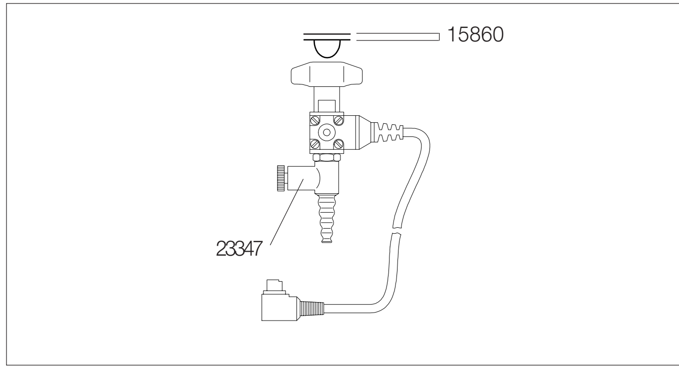



Bild 20: Kühlwasserventil

| | |
|---|---|
| Kühlwasserventil | **31356** |
| Set mit 5 Sieben und 10 Dichtungen | **15860** |
| Kalrez-Membrane | **23347** |

Dieses Kühlwasserventi wird über den B-721 gesteuert und öffnet sich somit nur, wenn Kühlwasser benötigt wird. Dies spart ebenfalls Wasser und Kontrollaufwand.

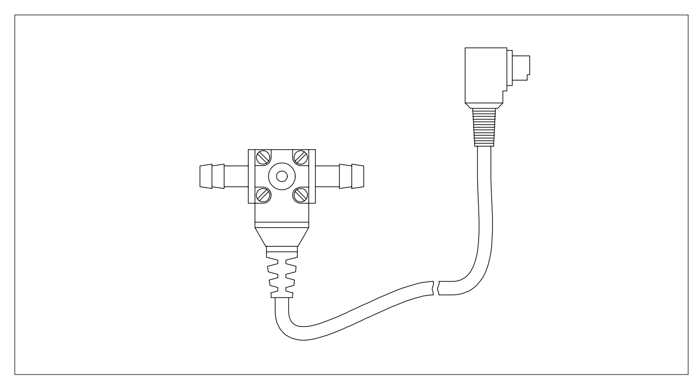
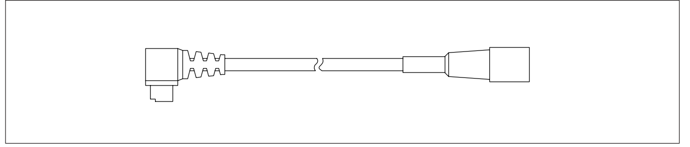


Bild 21: Durchgangsventil zu 1-Liter Rotavapor

| | |
|---|---|
| Durchgangsventil 24 VDC<br>Ø 2,4 mm zu 1 Liter Rotavapor | **31353** |
| Ø 4 mm zu 20 Liter Rotavapor | **31354** |
| Ø 4 mm zu 50 Liter Rotavapor | **31355** |

Das Durchgangsventil wird in Zusammenhang mit Hausvakuum oder kontinuierlich laufenden Vakuumpumpen verwendet.
Es steuert das Vakuum durch Öffnen und Schliessen der Vakuumleitung.


Bild 22: Adapterkabel

| | |
|---|---|
| Adapterkabel B-721 | **31225** |

In Verbindung mit Wasserstrahlpumpen B-167/B-164 oder Durchgangsventil vom Vorgängermodel (B-168).

| | |
|---|---|
| Kontrollventil | **34189** |

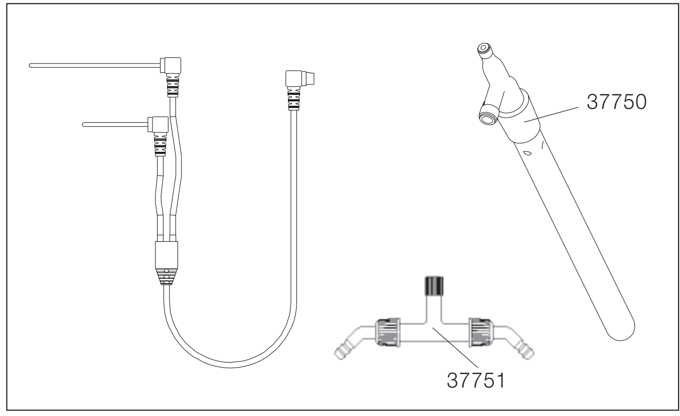
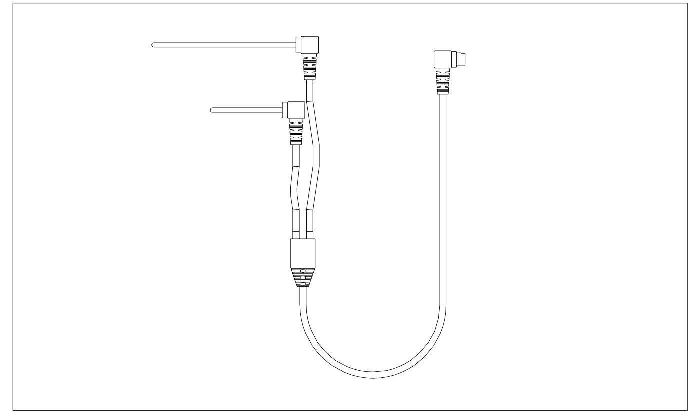


Bild 23: Automatiksonde komplett

Automatiksonde komplett
(inkl.Vakuumstutzen und T-Stück)

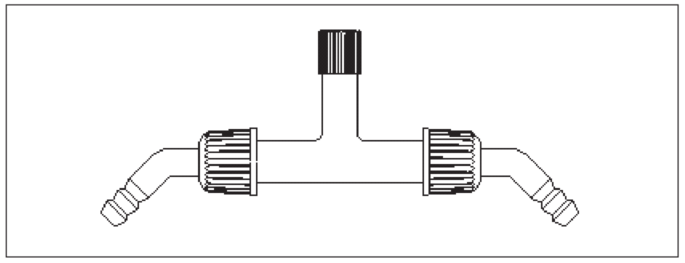
| | |
|---|---|
| für Glasaufbau V | **37754** |
| für Glasaufbau S | **37755** |

Für automatische Destillationen


Bild 24: Automatiksonde einzeln

Automatiksonde einzeln

| | |
|---|---|
| für Glasaufbau V | **37752** |
| für Glasaufbau S | **37753** |


Bild 25: Glas-T-Stück kpl.

| | |
|---|---|
| Glas-T-Stück kpl. | **37751** |

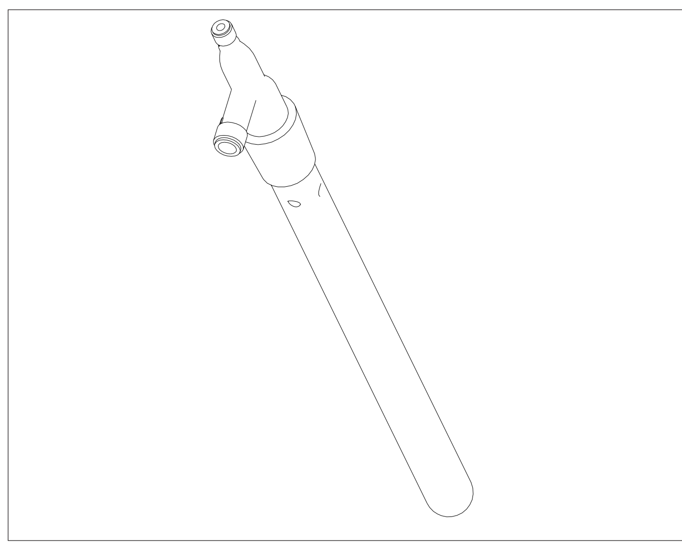
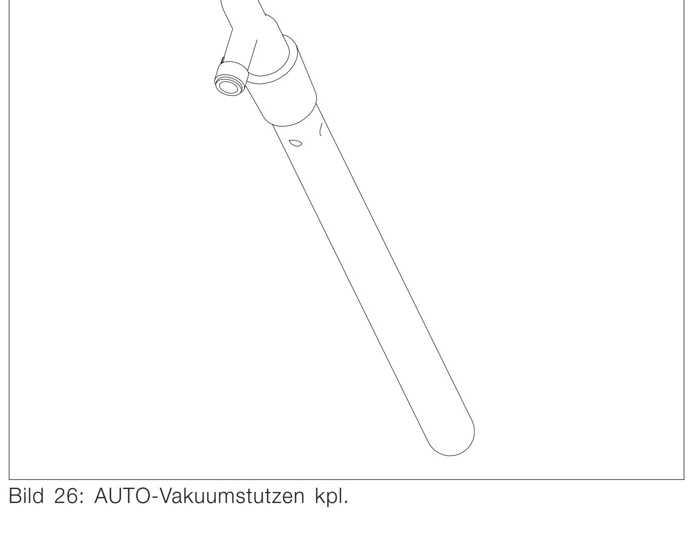



Bild 26: AUTO-Vakuumstutzen kpl.

| | |
|---|---|
| AUTO-Vakuumstutzen kpl. | **37750** |

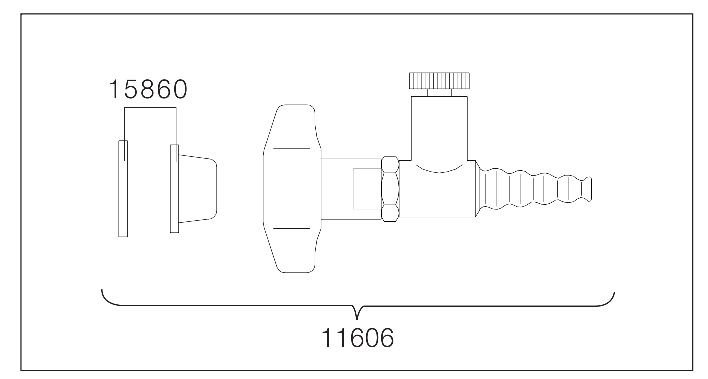



Bild 27: Wasserregulierdüse 1/2" komplett

| | |
|---|---|
| Wasserregulierdüse 1/2" komplett (01308 + 03560 + 15860) | **11606** |
| Set mit 5 Sieben und 10 Dichtungen | **15860** |
| Vakuumdichtung | **11515** |

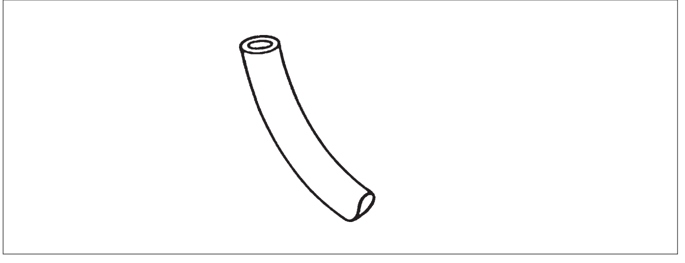


Bild 28: Vakuumschlauch

| | |
|---|---|
| Vakuumschlauch 16/6 mm | **17622** |
| Nyflex-Schlauch 14 x 8 (Alternative zum Vakuum-Schlauch 17622) | **04113** |

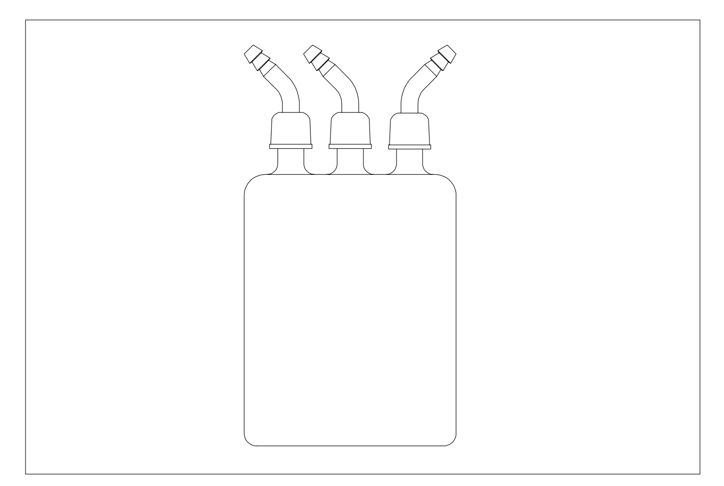


Bild 29: Woulff'sche Flasche

| | |
|---|---|
| Woulff'sche Flasche kpl. | **25519** |

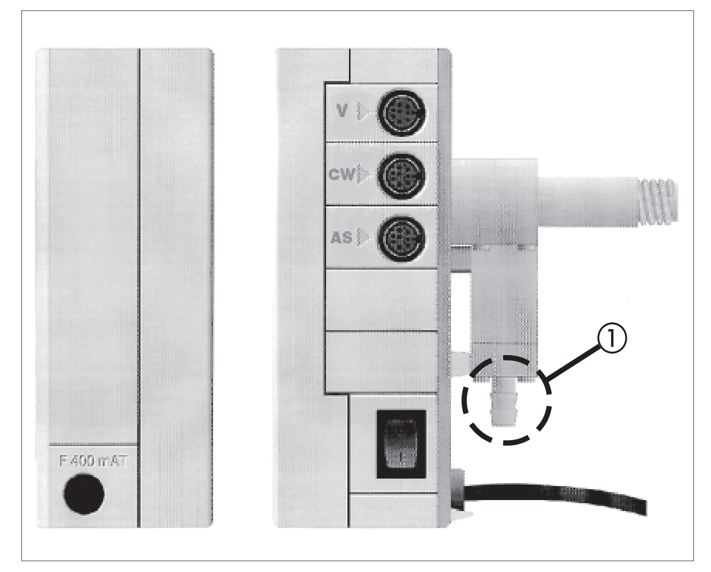



Bild 30: Set Dichtungsringe für Belüftungsventil

| | |
|---|---|
| ① Set Dichtungsringe für Belüftungsventil | **37608** |

# 9 Anhang

## 9.1 Technische Daten

| | |
|---|---|
| Netzanschluss | 230 V / 50<br>120 V / 50/60 Hz |
| Leistungsaufnahme | 14 W |
| Magnetventilspeisung | 28 VDC |
| Regelbereich | 1 mbar/Torr–Atmosphärendruck |
| Max. Regelabweichung | ± 7mbar (typisch 2mbar) |
| Anzeigebereich | 1 – 1400 mbar |
| | 1 – 1050 Torr |
| Hysterese | automatisch oder 1 – 100 mbar |
| Sicherungen | 400 mAT |
| Abmessungen (B x H x T) | 90 x 145 x 55 mm |
| Gewicht | 960 g |
| Umgebungstemperatur | + 5 °C … + 40 °C |
| Überspannungskategorie | II |
| Verschmutzungsgrad | 2 |

Tabelle 7: Technische Daten

## 9.2 Verwendete Materialien

| Teil | Material | Materialcode |
|---|---|---|
| Gehäuse | Grillamid | PA |
| Druckfühler | Keramik | |
| Folie | Polyester | PES |
| Leiterplatte | Glasfaser verstärktes Epoxiharz | |
| Kabel | Polyvinylchlorid | PVC |

Tabelle 8: Verwendete Materialien

## 9.3 EG-Konformitätserklärung

Wir
**BÜCHI** Labortechnik AG
Postfach, CH-9230 Flawil
Switzerland

erklären in alleiniger Verantwortung, dass das Produkt:
**BÜCHI** Vacuum Controller **B-721**

auf das sich diese Erklärung bezieht, mit den folgenden Normen übereinstimmt:

EN 61010-1:1993 (~ IEC 1010-1, VDE 0411-1)
Sicherheitsbestimmungen für elektrische Mess-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte: Allgemeine Anforderungen

EN 55011:1991/B (~ VDE 0875/B, VDE 0871/B)
Grenzwerte und Messverfahren für Funkstörungen von industriellen, wissenschaftlichen und medizinischen Hochfrequenzgeräten

EN 50082-1:1992
Elektromagnetische Verträglichkeit - Fachgrundnorm Störfestigkeit: Wohnbereich, Geschäfts- und Gewerbebereich, sowie Kleinbetriebe

Gemäss den Bestimmungen der EU-Richtlinie:
Richtlinie 73/23/EWG Niederspannungsrichtlinie
Richtlinie 89/336/EWG EMV-Richtlinie

Flawil, 1. Dezember 1996

D. Simmler
Qualitätsmanagement
**BÜCHI** Labortechnik AG




**http://www.buchi.com**

